

**Acidic earth metal, specifically tantalum or niobium, powder for use, e.g., in capacitor production is produced by two-stage reduction of the pentoxide using hydrogen as the first stage reducing agent for initial suboxide formation**

Patent Number: DE19831280  
Publication date: 2000-01-20  
Inventor(s): THOMAS OLIVER (DE); REICHERT KARLHEINZ (DE); VIEREGGE JOACHIM (DE)  
Applicant(s): STARCK H C GMBH CO KG (DE)  
Requested Patent: ☐ DE19831280  
Application Number: DE19981031280 19980713  
Priority Number(s): DE19981031280 19980713  
IPC Classification: C22B5/12 ; C22B34/24 ; B22F9/24  
EC Classification: C22C1/04F, B22F9/22, C22B34/24, H01G9/05C2B  
Equivalents:

**Abstract**

Tantalum or niobium powder is produced from the pentoxide by reducing with hydrogen and then with a reducing metal, metal hydride or hydrogen in the presence of a hydrogenation catalyst. An acidic earth metal (tantalum or niobium) powder production process comprises two-stage reduction of the corresponding pentoxide using a first stage reducing agent of hydrogen and a second stage reducing agent of a reducing metal, metal hydride or hydrogen in the presence of a hydrogenation catalyst. An independent claim is also included for niobium powder containing 2500-4500 ppm O/m<sup>2</sup> surface, up to 10000 ppm N, up to 150 ppm C and \500 ppm metals (except tantalum). Preferred Features: The second stage reducing agent is selected from Mg, Ca and their hydrides.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## Claims

1. Verfahren zur Herstellung von Erdsäuremetallpulver durch Reduktion des entsprechenden Pentoxides, dadurch gekennzeichnet ist, dass die Reduktion zweistufig durchgeführt wird, wobei in der ersten Stufe als Reduktionsmittel Wasserstoff eingesetzt wird und in der zweiten Stufe als Reduktionsmittel reduzierende Metalle oder Metallhydride oder Wasserstoff in Gegenwart von Hydrierkatalysatoren eingesetzt werden, und die Erdsäuremetallpulver von den entstehenden Metalloxiden bzw. Hydrierkatalysatoren abgetrennt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reduktion in der ersten Stufe zumindest soweit geführt wird, bis das Feststoffvolumen um 35 bis 50% reduziert ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Reduktion in der ersten Stufe bis zum MeOX, wobei Me Ta oder Nb bedeutet und x einen Wert von 1 bis 2 annimmt, geführt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Reduktionsprodukt aus der ersten Stufe noch 60 bis 360 Minuten etwa bei Reduktionstemperatur gehalten wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass in der zweiten Stufe Mg, Ca und/oder deren Hydride als Reduktionsmittel eingesetzt werden.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Reduktionsmittel als Dampf eingesetzt werden.
7. Niobpulver enthaltend Sauerstoff in Mengen von 2500-4500 ppm/m<sup>2</sup> Oberfläche, Stickstoff bis 10.000 ppm, Kohlenstoff bis 150 ppm und Metallgehalte (ohne Berücksichtigung von Tantal) von maximal 500 ppm.
8. Niobpulver nach Anspruch 7 in Form von agglomerierten Primärteilchen einer Teilchengröße von 100 bis 1000 nm, wobei die Agglomerate eine Teilchengröße D10 = 3 bis 80 µm, D50 = 70 bis 250 µm und D90 = 230 bis 400 µm nach Mastersizer aufweisen.
9. Niobpulver nach einem der Ansprüche 7 bis 8, das nach Sinterung bei 1100 DEG C und Formierung bei 40 V eine spezifische Kondensatorkapazität von 80.000 bis 250.000 µF/g und eine spezifische Reststromdichte von weniger als 2 nA/µF aufweisen.
10. Niobpulver nach einem der Ansprüche 7 bis 8, das nach Sinterung bei 1250 DEG C und Formierung bei 40 V eine spezifische Kondensatorkapazität von 30.000 bis 80.000 µF/g und eine spezifische Reststromdichte von weniger als 1 nA/µF aufweisen.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2